

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-234930

(43)Date of publication of application : 23.08.1994

(51)Int.Cl.

C08L101/00

C08J 3/12

G03G 9/08

(21)Application number : 05-021119

(71)Applicant : MINOLTA CAMERA CO LTD

(22)Date of filing : 09.02.1993

(72)Inventor : MIYAMOTO HIDETOSHI

TAKAMA MASAOKI

NAGAI HIROKI

MACHIDA JUNJI

(54) PRODUCTION OF CAPSULED RESIN PARTICLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain capsuled resin particles excellent in fluidity and charge stability and good in resistances to blocking and environmental degradation by mixing and stirring, by a wet method, beads with mother resin particles having fine resin particles uniformly fixed thereto and thereby applying stress to the fine particles.

CONSTITUTION: The particles are obtd. by uniformly fixing fine resin particles to mother resin particles and mixing and stirring the mother particles with beads by a wet method to apply stress to the fine particles and to thereby form a filmlike outer layer on the surface of the mother particle. The beads pref. have a specific gravity of 1.5-10.0, are spherical, and are made of a relatively hard material such as glass, ferrite, zirconia, or steel; the specific gravity higher than 10.0 makes stirring on a bead mill difficult, and that lower than 1.5 causes low stress during stirring, making the melting and film formation of the fine particles difficult.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.02.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3127649

[Date of registration] 10.11.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-234930

(43) 公開日 平成6年(1994)8月23日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 101/00	L S Y	7242-4 J		
C 0 8 J 3/12		Z 9268-4 F		
G 0 3 G 9/08	3 1 1			

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平5-21119

(22) 出願日 平成5年(1993)2月9日

(71) 出願人 000006079

ミノルタカメラ株式会社

大阪府大阪市中央区安土町二丁目3番13号

大阪国際ビル

(72) 発明者 宮本 英稔

大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号

大阪国際ビル ミノルタカメラ株式会社内

(72) 発明者 高間 正彰

大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号

大阪国際ビル ミノルタカメラ株式会社内

(74) 代理人 弁理士 青山 葆 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カプセル化樹脂粒子の製法

(57) 【要約】

【目的】 湿式条件下でカプセル化樹脂粒子を製造する方法を提供する。

【構成】 樹脂母粒子上に樹脂微粒子を均一に固定した後、湿式中でビーズと共に混合攪拌し、樹脂微粒子にストレスをかけることによって樹脂母粒子の表面に膜状外殻層を形成させることを特徴とするカプセル化樹脂粒子の製法。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 樹脂母粒子上に樹脂微粒子を均一に固定した後、湿式中でビーズと共に混合攪拌し、樹脂微粒子にストレスをかけることによって樹脂母粒子の表面に膜状外殻層を形成させることを特徴とするカプセル化樹脂粒子の製法。

【請求項2】 ビーズの比重が1.5より大きく10.0未満である請求項1記載のカプセル化樹脂粒子の製法。

【請求項3】 母粒子の粒径を D_A 、樹脂微粒子の粒径を D_B 、ビーズの粒径を D_C としたときの三者の関係が以下の式： 10

$$5.0 < D_A / D_B < 1000$$

$$3.0 < D_C / D_B < 1000$$

を満たす、請求項1記載のカプセル化樹脂粒子の製法。

【請求項4】 樹脂微粒子のガラス転移温度が100℃未満である請求項1記載のカプセル化樹脂の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、カプセル化樹脂粒子の製法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、低温定着性トナーの定着性向上、フルカラートナー等における透光性向上に対する要求のため、トナー用樹脂のガラス転移温度、分子量が低下していく傾向がある。しかしながら、トナーの保存性や耐環境性、帯電性等のことを考慮すればトナーのガラス転移温度や分子量の高いものが好ましい。これらの要求を満足するためにはトナー表面に比較的堅い外殻層、すなわちカプセルを設ける提案がされている。

【0003】 一方、高画質化の要求を満たすべく、トナーの小粒径化が図られているが、従来の粉砕法により得られるトナーはトナー粒子の粒径分布が広く、トナーの小粒径化に対して技術的に、また収率等の生産性の面から限界がある。小粒径の粒子であって粒径分布の比較的狭いものが得られ、生産性の面でも粉砕法より有利な方法として懸濁重合法や懸濁造粒法等の湿式造粒法がある。この方法は重合性モノマー、着色剤、その他の添加剤を加え、トナーを懸濁状態で合成し、造粒する等の方法である。均一な小粒径（6 μ m前後）のトナーを製造するのは、従来からのトナーの製造方法である粉砕法では粉砕効率が非常に悪いと困難であり、湿式法にて製造するのが圧倒的に有利である。

【0004】 従来、トナー等の小粒径の樹脂粒子に外殻層を設ける方法としてはハイブリダイゼーション装置等を用い、樹脂粒子上に樹脂微粒子付着させ、乾燥条件下での加熱等によってこれを成膜化する方法が用いられている。しかしながら乾燥条件下では均一なカプセルを得ることは困難である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上述した相反 50

2

する二つの特性を満足する樹脂粒子を湿式条件下で得る方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 すなわち本発明は、樹脂母粒子上に樹脂微粒子を均一に固定した後、湿式中でビーズと共に混合攪拌し、樹脂微粒子にストレスをかけることによって樹脂母粒子の表面に膜状外殻層を形成させることを特徴とするカプセル化樹脂粒子の製法に関する。

【0007】 本明細書において母粒子とは、芯となる粒子を意味し、樹脂微粒子とは、該母粒子上に付着させ、さらに成膜化して外殻層とする微粒子をいう。

【0008】 本発明に用いる母粒子は樹脂または樹脂に種々の添加剤、例えば顔料、帯電制御剤、ワックス等を配合した樹脂粒子であって、例えば懸濁重合、シード重合、乳化重合、乳化分散造粒等の湿式製造法、噴霧造粒法、湿練粉砕法等の乾式製造法等、いずれの方法で製造されたものであってもよいが、均一な球状樹脂粒子を高収率で得る点では懸濁法が最も好ましい。

【0009】 母粒子を構成する樹脂としては特に限定されないが、好ましくはスチレンアクリル系樹脂、スチレン系樹脂、(メタ)アクリル系樹脂、オレフィン系樹脂、ポリエステル系樹脂、アミド系樹脂、カーボネート系樹脂、ポリエーテル系樹脂、ポリスルホン系樹脂などのような熱可塑性樹脂、あるいはエポキシ系樹脂、尿素系樹脂、ウレタン系樹脂などのような熱硬化性樹脂並びにこれらの共重合体およびポリマーブレンドなどを用いられる。また、例えば電子写真用トナーを製造する場合には母粒子を構成する樹脂としては通常トナーにおいて結着剤として汎用されているものであれば特に限定されるものではなく、上述の樹脂が使用できる。

【0010】 なお、最近、より一層高速で複写できる技術が望まれており、このような高速システムに使用されるトナーにおいては、トナーの転写紙等への短時間での定着性、定着ローラーからの分離性を向上させる必要がある。従って、このような高速システムに使用されるトナーを得ようとする場合には、球状樹脂粒子を構成する樹脂として、スチレン系モノマー、(メタ)アクリル系モノマー、(メタ)アクリレート系モノマーから合成されるホモポリマーあるいはコポリマー、またはポリエステル系樹脂を使用することが望ましく、その分子量としては、数平均分子量(M_n)と、重量平均分子量(M_w)と、Z平均分子量(M_z)との関係が、 $1,000 \leq M_n \leq 7,000$ 、 $40 \leq M_w / M_n \leq 70$ 、 $200 \leq M_z / M_n \leq 500$ であり、数平均分子量(M_n)としては、さらに $2,000 \leq M_n \leq 7,000$ であるものを使用することが望ましい。また、オイルレス定着用トナーとして用いる場合には、ガラス転移温度が55～80℃、軟化点が80～150℃で、さらに5～20重量%のゲル化成分が含有されているものが望ましい。また、耐塩化ビニル性を向上

3

させるためにはポリエステル系樹脂を使用することが望ましく、ゲル化成分を5~20重量%含有するものが特に望ましい。

【0011】また、OHP用あるいはフルカラー用として用いる透光性カラートナーを得ようとする場合には、球状樹脂粒子を構成する樹脂として、耐塩化ビニル性、透光性カラートナーとしての透光性、OHPシートとの密着性の観点からポリエステル系樹脂を使用することが望ましく、さらにこの場合、ガラス転移温度が55~70℃、軟化点が80~150℃、その分子量として数平均分子量(Mn)が1,000~15,000、分子量分布(Mw/Mn)が4以下の線状ポリエステルであることが望ましい。さらに、透光性カラートナーを得ようとする場合の結着樹脂としては、線状ポリエステル樹脂(A)にジイソシアネート(B)を反応させて得られる線状ウレタン変性ポリエステル(C)も好適に用いられる。ここで言う線状ウレタン変性ポリエステルは、ジカルボン酸とジオールよりなり、数平均分子量が1,000~15,000で、酸化が5以下の実質的に末端基が水酸基よりなる線状ポリエステル樹脂1モル当り、0.3~0.95モルのジイソシアネート(B)を反応させて得られる線状ウレタン変性ポリエステル樹脂で、かつ、当該樹脂(C)のガラス転移温度が40~80℃で、酸化が5以下であるものを主成分とするものである。さらに、線状ポリエステルにスチレン系、アクリル系、アミノアクリル系モノマー等をグラフト、ブロック重合等の方法により共重合して変性したポリマーで、上記と同様のガラス転移温度、軟化点、分子量特性を有するものも好適に用いられる。

【0012】本発明に用いる樹脂微粒子は、好ましくはガラス転移温度が100℃未満、より好ましくは50℃以上80℃未満の樹脂からなる微粒子である。樹脂微粒子を構成する樹脂のガラス転移温度が100℃以上であるとビーズとの混合攪拌によっても樹脂粒子が十分溶融せず、成膜化が不十分であり好ましくない。具体的には、ポリスチレン、PMMA、ポリエステル等が例示される。

【0013】電子写真用トナーに用いる場合には、樹脂微粒子としてはガラス転移温度が50℃以上80℃以下であって、重量平均分子量(Mw)が5000以上20000以下の樹脂が好適に用いられる。

【0014】本発明の母粒子の粒径は目的、用途に応じて選択すればよい。樹脂微粒子の粒径は、母粒子の粒径を D_A 、微粒子の粒径を D_B とすると、 $5 < D_A/D_B < 10000$ 、特に $10 < D_A/D_B < 100$ となるものが好ましい。 D_A/D_B が5以下であると、微粒子の付着量にバラツキが生じ、物性のコントロールが困難となる。また、母粒子表面に微粒子が均一に付着せず成膜化が不完全となる。 D_A/D_B が10000以上であると、成膜化を行ってもその効果が得られない。

【0015】樹脂微粒子の添加量は、母粒子に対して2

4

重量部~50重量部、好ましくは5重量部~20重量部添加すればよい。樹脂微粒子の添加量が50重量部を超える場合には、膜状外殻層を形成しない樹脂微粒子が多数存在し、これが帯電性に影響を与える。また2重量部未満の場合には、樹脂微粒子によって母粒子表面を完全に被覆することができないため、均一な成膜化を行うことができない。

【0016】本発明のカプセル化樹脂粒子の製法は、樹脂母粒子上に樹脂微粒子を均一に固定した後、湿式にてビーズとともに混合攪拌して樹脂母粒子の表面に膜状外殻層を形成させるものである。樹脂母粒子上に樹脂微粒子を均一に固定する方法としては、従来用いられているいずれの方法によっても良い。例えば母粒子と微粒子を乾式中あるいは湿式中で混合し、母粒子表面上に微粒子を付着させた状態のオーダードミクスチャーを形成させた後、高剪断力等の方法により母粒子表面に微粒子を固定させるのが好ましい。

【0017】本発明では樹脂母粒子上に樹脂微粒子を均一に固定した後、湿式にてビーズとともに混合攪拌してカプセル化を行うことから、湿式造粒法にて製造された樹脂粒子を母粒子として、湿式にてオーダードミクスチャーを形成した後固定化処理する場合には、工程の途中で乾燥することなく一環して湿式で処理することができ、全体的な製造工程の短縮、コストの削減を図ることができる。

【0018】オーダードミクスチャーを形成する方法としては例えば、樹脂母粒子と樹脂微粒子を、母粒子を構成する樹脂を溶解することなく膨潤させる溶媒中に分散させ、母粒子上に均一に微粒子が付着したオーダードミクスチャーを得ればよい。母粒子および樹脂微粒子を分散させる、母粒子を構成する樹脂を溶解することなく膨潤させる溶媒は、メタノール、エタノール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、アセトニトリル、ホルムアミド、酢酸、ピリジン等の水溶性低誘電率溶媒が好ましく、特にこれらと水との混合溶媒が好適に用いられる。母粒子が水になじみ易い、すなわちぬれ性の良い樹脂である場合には、水のみ、あるいは水を主成分とする混合溶媒が、また、水になじみにくい、即ちぬれ性の悪い樹脂であれば水の比率の低い混合溶媒が好適に用いられる。母粒子は上記溶媒中、10~30重量%程度の濃度で添加する。

【0019】母粒子、樹脂微粒子を上記分散溶媒に分散させる際には電解質を添加することが好ましい。このような電解質は特に限定されないが、酸化アルミニウム、サリチル酸金属錯塩等が特に好適に用いられる。電解質を添加することによって母粒子と樹脂微粒子のヘテロ(異種)凝集が生じ、母粒子上に樹脂微粒子が均一に付着したオーダードミクスチャーをより容易に得ること

5

ができる。また、このとき補助的にメチルセルロース等の接着剤を添加してもよい。

【0020】電解質は、上記分散媒中0.1重量%～2重量%添加するのが好ましい。添加量が0.1重量%以下の場合には、ヘテロ凝集が不完全で本発明の効果を得ることができない。また、添加量が2重量%を超えると、得られたトナー粒子に必要以上に電解質が取り込まれ、環境安定性および帯電性が低下するため好ましくない。

【0021】母粒子上に均一に微粒子が付着したオーダードミクスチャーに高剪断力をかけながら攪拌し、微粒子を母粒子上に固定させる。母粒子表面が膨潤しているため、微粒子は母粒子表面上に均一かつ強固に固定することができ、その後の工程で強いストレスをかけても母粒子表面から微粒子が容易にはずれることもない。高剪断力は例えば、高剪断力乳化分散機を用いて高速攪拌を行うことによりかけることができる。具体的装置としては、T.K. オートホモミクサー（特殊機化工業社製）、ウルトラディスペンサ（LK-41、ヤマト科学社製）等を使用することができる。

【0022】上述のようにして得られたオーダードミクスチャーをビーズの存在下で攪拌し、そのストレスによって母粒子上の樹脂微粒子を溶融させて成膜化する。ビーズを用いることにより、樹脂微粒子に均一かつ強力なストレスを付与し、母粒子表面上に均一な外殻層を得ることができる。

【0023】本発明の方法に用いるビーズは、比重が1.5～10.0、好ましくは1.5～5.0である、ガラス、フェライト、ジルコニア、スチール等の比較的硬い材質の球形のものが好ましい。比重が10.0を超えるとビーズミルでの攪拌が困難となり、また1.5未満であると攪拌時のストレスが弱く、樹脂微粒子を溶融させて成膜化することが困難である。

【0024】ビーズの大きさは、ビーズの粒径を D_c とすると、母粒子の粒径 D_A との関係が次式：

$$3 < D_c / D_A < 1000$$

好ましくは、

$$10 < D_c / D_A < 200$$

を満たすものである。ビーズの粒径がこれより小さいと攪拌時のストレスが弱く、成膜化が難しい。また大きいと、ストレスが均一であるにもかかわらず、膜状外殻層が均一に形成されないのが好ましくない。

【0025】ビーズの添加量は、オーダードミクスチャーを10～30重量%含有する分散液と同程度、すなわち該分散液の80～120体積%の量とすることが好ましい。ビーズの添加量が多すぎる場合にはビーズミルによる攪拌が行われにくくなり、少なすぎる場合にはストレスの付与が不均一で成膜化が不完全となる。

【0026】攪拌は、市販のビーズミルを用いて行えばよい。このときの温度は母粒子および樹脂微粒子を構成

6

する樹脂によって適宜選択すればよく、樹脂のガラス転移温度以上の温度であっても、それ以下の低温であってもよい。好ましくはガラス転移温度付近で行う。またこの工程を、上述の水溶性低誘電率溶媒中に行い、樹脂微粒子表面をある程度柔らかくした状態でストレスをかけても良好な成膜化を行うことができる。

【0027】ストレスが強すぎて変形または破壊された母粒子は、構成樹脂のガラス転移温度以上の温度にして攪拌すれば、ほぼ球形に復元することができる。

【0028】成膜化の終了した後、粒子の洗浄および乾燥を行う。粒子はメタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等の低級アルコールの水溶性溶媒を塩酸、酢酸、蟻酸等の酸でpHを3程度にした溶液で行うのが好ましい。洗浄にはデカンテーション法を用いると簡便である。デカンテーション法は、溶媒を留去した溶液を攪拌後に24時間静置し、その後上澄みを除去して沈殿した固形分を取り出す方法である。この方法によると、粒径の小さな粒子は取り除かれ、洗浄と分級が同時にできる。

【0029】こうして得られた樹脂粒子は最後に乾燥させる。乾燥方法は風乾、真空乾燥、あるいは噴霧乾燥等、既知の方法あるいは装置のいずれを用いてもよい。本発明のカプセル化法によって、約0.1～2 μ mの膜厚を有する外殻層を母粒子上に形成することができる。

【0030】本発明の方法で得られる表面上に外殻層を有する樹脂粒子は、電子写真等の現像やプリンターに使用されるトナーや、化粧品、医薬品等に応用することができる。以下本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。なお、以下の実施例において「部」とあるのは特に断らない限り「重量部」を表す。

【0031】

【実施例1】低分子量ポリエステル樹脂（ $M_w = 6000$ 、 $M_n = 3500$ ）100部を20重量%となるように塩化メチレンに完全に溶解させた。ここへ、着色剤としてカーボンブラック（モガールL）6部、帯電制御剤のボントロンE-84（オリエント化学工業社製）4部を分散させ、樹脂溶液（I）を得た。

【0032】樹脂溶液（I）をメトロース65SH-50（信越化学工業社製）1%とラウリル硫酸ナトリウム1%の水溶性分散液中にホモミクサー（特殊機化工業社製）を用いて、室温で10分間、毎分3800回転にて乳化分散させ、o/w型エマルジョンを得た。次に4枚羽根の攪拌羽根に取り換え、40～45℃に昇温させ、3時間、攪拌しながら塩化メチレンを留去し、トナー粒子の水懸濁液を得た。

【0033】完全に塩化メチレンが留去された後24時間静置し、その後デカンテーションによって沈降した固形分を取り出した。この操作をさらに2度繰り返した。2～3 μ m以下のトナーは上澄み液と共に分離除去され、分級、洗浄の両方の役割を果たす。こうして取り出さ

れたトナー粒子の固形分を水/メタノール(5/5:重量比)の混合溶媒を塩酸でpH3とした洗浄液で2回洗浄し、平均粒径6 μ mのトナー母粒子を得た(収率90%)。

【0034】ポリスチレン微粒子(平均粒径0.2 μ m, Mw=50000, Mn=20000, ガラス転移温度:65℃)を、トナー母粒子に対して7重量%とり、メタノール中に超音波により分散させ、さらにメタノールと等量の水を加えてポリスチレン微粒子の50%メタノール溶液中の分散液を得た。この分散液中に上記

10 トナー母粒子を固形分が10重量%となるように調整し、超音波をかけることによりこの母粒子を膨潤させた。ここへ硫酸アルミニウム2gを添加して母粒子上に微粒子を凝集させてオーダードミクスチャーを形成させた。

【0035】このオーダードミクスチャーをホモミクサー(特殊機化工業社製)を用いて室温で10分間、毎分10000回転で高剪断力攪拌処理を行い、樹脂微粒子をトナー表面上に固着させた。樹脂微粒子が固着されたトナーをアイガーモーターミル(アイガー・ジャパン社製)を用い、ガラスビーズ(粒径1.0mm)と共に毎分3000回転で強力に混合攪拌することにより強いストレスを掛け、トナー母粒子の表面上に膜状のポリスチレン樹脂外殻層を形成させた。実施例1により厚み0.5 μ mの均一なカプセルである外殻層を有する、平均粒径7.0 μ mのトナーを得た。

【0036】

【実施例2】スチレン70部、メタアクリル酸n-ブチル30部、低分子量ポリプロピレンワックス(ビスコール660P:三洋化成工業社製)3部、カーボンブラック(MA-8:三菱化成工業社製)8部および2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)3部をサ

ンドスターラーにより十分混合して、重合開始剤を含有*

キャリアの製造

成分

- ・ポリエステル樹脂
(軟化点123℃、ガラス転移温度65℃
AV23、OHV40)
- ・Fe-Zn系フェライト微粒子
(MFP-2:TDK社製)
- ・カーボンブラック
(MA-8:三菱化成工業社製)

【0041】上記材料をヘンシェルミキサーにより十分混合、粉碎し、次いでシリンダ部180℃、シリンダヘッド部170℃に設定した押し出し混練機を用いて溶融、混練した。混練物を放置冷却後、フェザーミルを用いて粗粉碎し、さらにジェットミルで微粉碎し、その後分級機を用いて分級して平均粒径60 μ mのキャリアを得た。

【0042】試験

*する重合性組成物を調製した。この重合性組成物を1.25重量%のポリビニルアルコール水溶液中にT.K.オートホモミクサー(特殊機化工業社製)を用い、回転数6000rpmで攪拌しながら添加した。その後、3枚タービン羽根を用いて500rpmで攪拌しながら60℃で6時間重合反応させ、トナー粒子の水性懸濁液を得た。

【0037】重合反応終了後、反応系を冷却して塩酸を添加し、実施例1と同様にしてデカンテーション、濾過、洗浄を行い平均粒径6 μ mのトナー母粒子を得た。得られたトナー母粒子に対して、実施例1と同様にして0.7重量%のポリスチレン微粒子(平均粒径0.2 μ m, Mw=50,000, Mn=20,000)をトナー母粒子に吸着させ、高剪断力攪拌処理してこれを固着させた後、ガラスビーズと共に混合攪拌してトナー母粒子表面上に膜状のポリスチレン樹脂外殻層を形成させた。強いストレスにより変形、または破壊されたトナーは母粒子のTg(ガラス転移点)以上の温度で攪拌することにより、ほぼ球状の形状に復元させて実施例2のトナーを得た。実施例2により厚み0.5 μ mの均一なカプセルである外殻層を有する平均粒径7.0 μ mのトナーを得た。

【0038】

【比較例】実施例1のトナーの母粒子を比較例トナーとした。

【0039】上記実施例1、2および比較例のトナーには、それぞれ、疎水性シリカR-974(日本アエロジル社製、平均粒径6 μ m)を0.2重量%添加し、ヘンシェルミキサーを用いて毎分3000回転で1分間処理した。この後処理した各トナーと以下に示すキャリアとを用いて2成分現像剤を調製し、以下に示す試験を行った。

【0040】

重量部

100

500

2

流動性試験

実施例1および比較例のトナーを用い、トナー/キャリア混合比7%で、ボール架台を用い、回転数1000rpmにて混合攪拌して得た現像剤のかさ比重を測定した。測定はJIS規格Z2504に従った。実施例1の現像剤のかさ比重は2.3g/cm³、これに対して比較例の現像剤のかさ比重は1.6g/cm³であった。

50 【0043】耐ブロッキング性試験

トナーを温度45℃、湿度80%の環境下にて24時間保管した後、40 μ mのメッシュでふるいをかけ、その残分の全体に占める割合を測定した。実施例1のトナーのふるい残分は2.1%、これに対して比較例のトナーのふるい残分は10.3%であった。

【0044】帯電の経時変化および環境変動

実施例1、2および比較例のトナー／キャリア混合比5%の現像剤を調製して用いた。調製した現像剤を温度25℃、湿度60%の環境下でボール架台を用いて回転数1000rpmにて3分、90分及び900分間混合攪拌した後の帯電性を測定した。また耐環境性を調べるた*

*め、以下の各条件：

NN：温度25℃、湿度60%

HH：温度30℃、湿度85%

LL：温度10℃、湿度15%

の下でボール架台で回転数1000rpmでそれぞれ90分間混合攪拌した後の帯電性を測定した。測定はプロ－オフ粉体帯電量測定器（東芝ケミカル社製）を用いた。結果を表1に示す。

【0045】

【表1】

		実施例1	実施例2	比較例1
経時 変化 (μ C/g)	3分	-22	-23	-20
	90分	-23	-24	-13
	900分	-24	-25	-5
環境 変動 (μ C/g)	NN	-23	-24	-13
	HH	-19	-19	-4
	LH	-25	-25	-28

【0046】

【発明の効果】本発明の方法で得られたカプセル化樹脂粒子は、流動性および帯電安定性に優れ、ガラス転移温

度の低い樹脂を母粒子とするものであっても耐ブロッキング性や耐環境性が良好であり、低温定着することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 永井 裕樹

大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号
大阪国際ビル ミノルタカメラ株式会社内

(72)発明者 町田 純二

大阪府大阪市中央区安土町2丁目3番13号
大阪国際ビル ミノルタカメラ株式会社内